

APPARATUS FOR PRODUCTING SILICON SINGLE CRYSTAL

Patent Number: JP4012085
Publication date: 1992-01-16
Inventor(s): NAKAHAMA YASUMITSU; others: 02
Applicant(s):: NKK CORP
Requested Patent: JP4012085
Application Number: JP19900114520 19900427
Priority Number(s):
IPC Classification: C30B15/12 ; C30B29/06 ; H01L21/208
EC Classification:
Equivalents: JP2633057B2

Abstract

PURPOSE: To improve the productivity of silicon single crystal by making a plurality of holes in the cylindrical part of a graphite crucible at positions within a specific range above and below the liquid level of molten Si.
CONSTITUTION: An Si raw material is continuously supplied from a raw material feeding apparatus 14 to a quartz crucible 1 placed in a graphite crucible 2 supported by a rotating pedestal 4. A partition member 8 made of quartz glass is concentrically placed in the quartz crucible 1 and molten Si melted in a raw material melting part is supplied to a single crystal growing part through a small hole 10 opened at the lower part of the partition member. Heat is directly supplied from an electric resistance heater 3 to the molten Si 7 through plural holes 22 opened in the cylindrical part of the graphite crucible 2 within a range between 50mm above the molten Si level and 20mm below the molten Si level to prevent the solidification of the molten Si from the part contacting with the partition member 8. An Si single crystal 5 is pulled up at a prescribed rate.

Data supplied from the esp@cenet database - l2

Ref. #13
99-3590 (2702)
Hariprasad Sreedharamurthy
09/757,121

⑫ 公開特許公報 (A)

平4-12085

⑬ Int. Cl. 5

C 30 B 15/12
29/06
H 01 L 21/208

識別記号

5 0 2 D
P

庁内整理番号

8924-4G
7158-4G
7630-4M

⑭ 公開 平成4年(1992)1月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 シリコン単結晶の製造装置

⑯ 特 願 平2-114520

⑰ 出 願 平2(1990)4月27日

⑮ 発明者 中濱 泰光 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本钢管株式会社
内

⑮ 発明者 荒木 健治 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本钢管株式会社
内

⑮ 発明者 鈴木 真 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本钢管株式会社
内

⑯ 出願人 日本钢管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

明細書

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、チョクラルスキー法による大直径シリコン単結晶の製造装置に関するものである。

[従来の技術]

LSI分野ではシリコン単結晶に要求される直径は年々大きくなっている。今日、最新鋭デバイスでは直径6インチのシリコン単結晶が使われている。将来直径10インチあるいはそれ以上の直径のシリコン単結晶、例えば直径12インチのシリコン単結晶が必要になるといわれている。

チョクラルスキー法(CZ法)によるシリコン単結晶の製造方法には2通りの方法がある。るつぼを回転させる方法と回転させない方法である。今日ではLSI用に用いられる全てのシリコン単結晶は、るつぼの回転とシリコン単結晶の回転とを互いに逆方向に回転させ、かつ、るつぼの側面を取り囲む電気抵抗加熱体によりるつぼを加熱することにより製造されている。多くの試みにも関わらず、るつぼを回転させない方法、あるいは

1. 発明の名称

シリコン単結晶の製造装置

2. 特許請求の範囲

シリコン溶融液を内蔵する自転型石英るつぼと、前記石英るつぼを支持する黒鉛製るつぼと、前記黒鉛製るつぼを側面から加熱する電気抵抗加熱体と、前記石英るつぼ内でシリコン溶融液を単結晶育成部と原料溶解部とに分割しあつシリコン溶融液が流通できる小孔を有する石英製るつぼ部材と、前記仕切り部材と前記原料溶解部を覆う保温カバーと、前記原料溶解部に原料シリコンを連続的に供給する原料供給装置とを有するシリコン単結晶製造装置において、前記黒鉛製るつぼの円筒部分のシリコン溶融液面上方50mmに相当する位置より、シリコン溶融液面下方20mmに相当する位置までの範囲に、複数個以上の開口部を設けることを特徴とするシリコン単結晶の製造装置。

上記以外の加熱方法（電気抵抗加熱体）で直径 5 インチ以上のシリコン単結晶が今までに作られたことはないし、今後とも作られることはない。この理由は、るっぽの回転なしでは、あるいは電磁誘導加熱やるっぽの底面からの電気抵抗加熱等の上記以外の加熱方法では、シリコン単結晶の成長をするに対して同心円状の温度分布完全が得られないからである。シリコン単結晶の成長は温度に依りてきわめて敏感なのである。

るっぽが回転する CZ 法（以下通常の CZ 法という）では、るっぽ回転と電気抵抗側面加熱によりシリコン溶融液に強い対流が発生し、シリコン溶融液が良く攪拌される。この結果直径 5 インチ以上の大直径シリコン単結晶の育成は望ましい、即ち均一なそしてシリコン単結晶に対して完全に同心円状の溶融液表面温度分布が得られる。

上記のように、通常の CZ 法と他の CZ 法ではシリコン溶融液の流れに大きな違いがある。この違いは結果としてシリコン単結晶の成長条件の大きな違いとなる。又、炉内部品（例えばホット

切り部材の内側で仕切り部材を起点としてシリコン溶融液の凝固が発生しやすい。この原因は次の通りである。石英製である仕切り部材は光ファイバーに使われていることからも明らかのように、輻射により熱をよく伝達する。即ちシリコン溶融液中の熱は光として仕切り部材中を上方に伝達し、仕切り部材のシリコン溶融液面上に露出している部分より放散される。従って仕切り部材近傍ではシリコン溶融液温度が大きく低下している。更に、通常の CZ 法では、シリコン溶融液の強い攪拌によりシリコン溶融液の表面温度は均一でしかも凝固温度の直上である。この二つのことが重なり仕切り部材に接触しているシリコン溶融液表面は非常に凝固しやすい状態になっている。特開昭 62-241889 号公報はこの問題を避けるため、仕切り部材を使用しない方法を提案したものである。しかしこの方法は原料溶解部が狭いため、原料溶解能力が極めて小さく、シリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを供給することができない。

ゾーン、るっぽ、仕切り部材等）の作用も両者で大きく異なる。シリコン単結晶育成に対する考え方が両者では全く異なるのである。

通常の CZ 法ではシリコン単結晶の成長とともにるっぽ内のシリコン溶融液が減少する。そしてシリコン単結晶の成長とともにシリコン単結晶中のドーパント濃度が上昇し、酸素濃度が低下する。即ちシリコン単結晶の性質がその成長方向に変動する。LSI の高密度化にともないシリコン単結晶に要求される品質が年々きびしくなってきている。

この問題を解決する手段として、通常の CZ 法の石英るっぽ内のシリコン溶融液を小孔を有する円筒状の石英製仕切り部材で仕切り、この仕切り部材の外側に原料シリコンを供給しながら、仕切り部材の内側で円柱状のシリコン単結晶を育成する方法が知られている（例えば、特許公報 昭 40-10184 P1 L20-L35）。

この方法の大きな問題点は特開昭 62-241889 号公報 (P2 L12-L16) にも指摘されている通り、仕

シリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを供給可能にするため、仕切り部材を用い、かつそれからの凝固の発生を防止する方法を提案したものとして特開平 1-153589 号公報がある。この特許は仕切り部材を熱遮蔽部材で完全に覆うことを提案している。この方法により仕切り部材からの熱の放散は防止できる。従ってシリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを供給し、なおかつ凝固の発生を防止している。

[発明が解決しようとする課題]

特開平 1-153589 号公報の方法によれば、シリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを供給し、なおかつ凝固の発生を防止できる。しかし生産性の向上のため結晶引き上げ速度を速くすると、それにともなって原料シリコン供給量も多くしなければならない。原料シリコン供給量を大きくすればするほど原料溶解部の温度は下がるので、シリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料を供給しながらシリコン単結晶を育成する方法では、引き上げ速度に自ずから上限がある。こ

の引き上げ速度の上限値はシリコン単結晶装置の構成により異なるが、発明者らが検討したところ、特開平1-153589の方法では直径6インチの結晶で引き上げ速度を1mm/min以上になると原料溶解部の温度低下により仕切り部材の外側から凝固が発生することがわかった。従って特開平1-153589の方法では、結晶引き上げ速度を1mm/min以上に保持するためにはなんらかの手段が効じなければならない。

この発明は係る事情に鑑みてなされたものであり、連続的にシリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを供給するシリコン単結晶製造装置において、従来の装置に比べ、仕切り部材からの凝固発生を防止し、結晶引き上げ速度の上限値を向上させることを目的とする。

[課題を解決するための手段]

本発明に係るシリコン単結晶製造装置は、シリコン溶融液を内蔵する自転型石英るつぼと、前記石英るつぼを支持する黒鉛製るつぼと、前記黒鉛製るつぼを側面から加熱する電気抵抗加熱体と、

融液内の側部方向と下部方向から結晶凝固界面に到達する熱量がどれだけあるかにより決まる。従って、同じ引き上げ速度の場合、シリコン溶融液内の側部方向からの入熱の比率を大きくした方が、即ち、るつぼ半径方向の温度勾配が大きくなるようにした方が、仕切り部材からの凝固は起こりにくい。本発明に係るシリコン単結晶の製造装置では、シリコン溶融液面付近に相当する部分の黒鉛るつぼに、複数個以上の開口部を設けているので、シリコン溶融液に対して電気抵抗加熱体からの直接入熱がおこなわれ、側部入熱の比率が大きくなる。このため従来の装置に比べて、仕切り部材からの凝固が起こりにくく、結晶引き上げ速度を速くすることができる。

黒鉛るつぼに開口部がない場合よりも、原料溶解部に対する入熱効率を上げることのできる開口部の上下方向の範囲を調べるために、高さ方向の幅10mmの狭い幅の開口部をシリコン溶融液面に対して様々な位置に配置し、シリコン単結晶の育成実験を行った。第3図から明らかのように、仕切

前記石英るつぼ内でシリコン溶融液を単結晶育成部と原料溶解部とに分割しかつシリコン溶融液が流通できる小孔を有する石英製るつぼ部材と、前記仕切り部材と前記原料溶解部を覆う保温カバーと、前記原料溶解部に原料シリコンを連続的に供給する原料供給装置と、を有するシリコン単結晶製造装置において、前記黒鉛製るつぼの円筒部分のシリコン溶融液面上方50mmに相当する位置より、シリコン溶融液面下方20mmに相当する位置までの範囲に、複数個以上の開口部を設けることを特徴とする。

[作用]

原料シリコンの供給量を多くした時、仕切り部材の外側、即ち原料溶解部で凝固発生が起こるのは、シリコン溶融液のるつぼ半径方向の温度勾配が小さくなっているためである。これはシリコン溶融液の側方より入熱した熱エネルギーが、供給された原料シリコンに奪われ、原料溶解部の温度が下がることによる。

シリコン単結晶の引き上げ速度は、シリコン溶

り部材からの凝固を防止しつつ引き上げることのできる最大引き上げ速度は、シリコン溶融液面下方20mmより下では開口がない場合よりも小さくなる。これは開口部がシリコン溶融液面に対して下方位置になるに従って、シリコン溶融液に対する電気抵抗加熱体からの入熱が側方入熱傾向から下方入熱傾向となるためである。即ち、るつぼ半径方向の温度勾配が小さくなり、仕切り部材からの凝固が起こりやすくなる。また開口による最大引き上げ速度の向上に対する寄与は、シリコン溶融液面に相当する付近の開口部で最も大きく、シリコン溶融液面上方50mmより上ではあまり効果のないことがわかった。

[実施例]

本発明の実施例を図面を参照して説明する。

第1図は本発明の実施例の直径6インチのシリコン単結晶の製造装置を示す縦断面図で、第2図は本発明の実施例の黒鉛製るつぼの複数個以上の開口部を示す斜視図で、(a)は本発明の一実施例を示す図で、(b)は本発明の他の一実施例で

める。1は直径20インチの石英るっぽで、黒鉛るっぽ2の中にセットされている。黒鉛るっぽ2の円周部に複数の開口部22がある。この開口部22はシリコン溶融液面より上方40mm以下、シリコン溶融液面より下方5mm以上の範囲に相当する大きさである。即ち直径45mm中の開口部で、個数は20である。この開口部22によりシリコン溶融液7に対して電気抵抗加熱体からの直接入熱が行なわれ、るっぽ側方の入熱が大きくなる。黒鉛るっぽ2はペディタル4で支えられている。ペディタル4は炉外で電動モーターに結合されており、黒鉛るっぽ2に回転運動(10rpm)を与える働きをする。7はるっぽ1内に入れられたシリコン溶融液である。これから柱状のシリコン単結晶5が回転(20rpm)しながら1.2mm/minの速度で引き上げられる。3は黒鉛るっぽを取り囲む電気抵抗加熱体である。

雰囲気ガスは引き上げチャンバー内20から炉内に導入され最終的に炉底の排出口19から減圧装置(図示せず)により排出される。

15は保温カバーであり、板厚0.2mmのタンタル板で構成されている。これは仕切り部材8および原料溶解部からの熱の放散を抑制する。

上記のように構成した本発明の一実施例であるシリコン単結晶の製造装置において、シリコン単結晶の育成実験を行なったところ、直径6インチのシリコン単結晶に関し、黒鉛るっぽに開口部がない場合、仕切り部材からの凝固のため引き上げ速度を1mm/min以上にできなかったのに対し、黒鉛るっぽに開口部がある場合は仕切り部材からの凝固を防止しでき、シリコン単結晶の引き上げ速度を1.1~1.3mm/minにすることができた。

また、第2図(b)本発明における別の実施例である。この開口部22はシリコン溶融液面より上方40mm、シリコン溶融液面より下方5mmの範囲に相当する大きさである。即ち、矩形45×200mmの開口部で、個数は6である。この実施例においても、第2図(a)の場合と同様の効果が得られた。

炉内(チャンバー上蓋16、およびチャンバーポ17内)の圧力は0.01~0.03気圧である。以上は通常のCZ法によるシリコン単結晶の製造装置と同じである。

8はるっぽ1内にこれと同心円に配置された高純度泡入り石英ガラスからなる仕切り部材である。その直径は35mmである。この仕切り部材8には小孔10が開けられており、原料溶解部のシリコン溶融液はこの小孔10を通って単結晶育成部に流入する。この仕切り部材の下縁部はるっぽ1とあらかじめ融着されているか、又は、原料シリコンを溶解する熱の熱により融着している。14は原料供給装置で、原料溶解部の上部に開口を持っており、粒状の原料シリコンはこの供給装置を通して原料溶解部に供給される。供給割合は、シリコン結晶化量と等しい量、即ち約5.2g/minである。この原料供給装置14はチャンバー上蓋16の外部に設けた原料供給チャンバー(図示せず)に連結されており、原料シリコンを連続的に供給する。

「発明の効果」

本発明は以上のように構成したので、シリコン単結晶の引き上げ量に見合う量の原料シリコンを連続的に供給し、なおかつ凝固の発生を防止し、直径6インチのシリコン単結晶を引き上げ速度1.1mm/min以上の高速引き上げができるようになった。本発明は生産性の向上、シリコン単結晶の育成条件の広範囲化による結晶品質特性の多様化など効果大である。

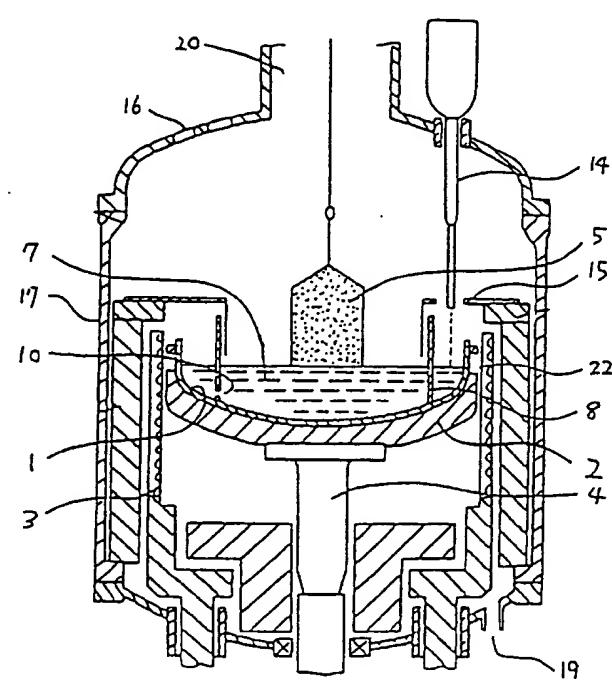
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明のシリコン単結晶の製造装置を示す断面図、第2図は本発明の黒鉛るっぽの斜視図で、(a)は一実施例の斜視図、(b)は別の実施例の斜視図、第3図は本発明の実験例で、シリコン溶融液面からの上方位置とシリコン単結晶の引き上げ速度を示すグラフ図である。

1…石英るっぽ、2…黒鉛るっぽ、3…電気抵抗加熱体、4…ペディタル、5…シリコン単結晶、7…シリコン溶融液、8…仕切り部材、

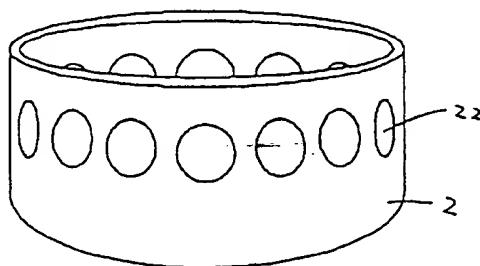
10…小孔、14…シリコン供給装置、15…保温カバー、16…チャンバー上蓋、17…チャンバー胴、19…排出口、20…引き上げチャンバー内、22…黒鉛るつぼの開口部。

出願人 日本鋼管株式会社

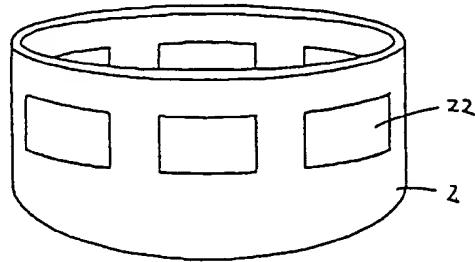


第 1 図

(a)



(b)



第 3 図

